

DOCKET NO.: 219289US0PCT

**IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

IN RE APPLICATION OF: Yasutaka ITO et al.

SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION

FILED: HERewith

INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/JP00/03041

INTERNATIONAL FILING DATE: May 12, 2000

FOR: CARBON-CONTAINING ALUMINUM NITRIDE SINTERED BODY, AND CERAMIC SUBSTRATE FOR A SEMICONDUCTOR PRODUCING/EXAMINING DEVICE

**REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119  
AND THE INTERNATIONAL CONVENTION**

Assistant Commissioner for Patents  
Washington, D.C. 20231

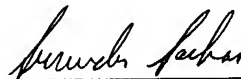
Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NO</u>	<u>DAY/MONTH/YEAR</u>
Japan	11-251842	06 September 1999
Japan	11-251843	06 September 1999
Japan	11-355550	15 December 1999
Japan	11-355551	15 December 1999
Japan	11-360612	20 December 1999
Japan	11-360613	20 December 1999

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/JP00/03041. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,  
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon  
Attorney of Record  
Registration No. 24,618  
Surinder Sachar  
Registration No. 34,423



22850

(703) 413-3000  
Fax No. (703) 413-2220

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

JP00/3041  
本 国 特 許  
PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

07.07.00

REC'D 25 AUG 2000

WIPO

PCT

EKU

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application:

1999年 9月 6日

出 願 番 号  
Application Number:

平成11年特許願第251842号

出 願 人  
Applicant (s):

イビデン株式会社

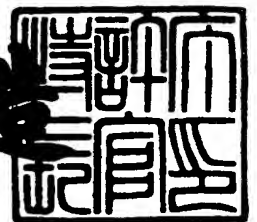
**PRIORITY  
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a)OR(b)

2000年 8月11日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2000-3062614

【書類名】 特許願

【整理番号】 H110GHP009

【提出日】 平成11年 9月 6日

【あて先】 特許庁長官 伊佐山 建志 殿

【国際特許分類】 B01J 23/46

【発明者】

    【住所又は居所】 岐阜県揖斐郡揖斐川町北方 1 - 1 イビデン株式会社内

    【氏名】 伊藤 康隆

【特許出願人】

    【識別番号】 000000158

    【氏名又は名称】 イビデン株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100080687

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 小川 順三

    【電話番号】 03-3561-2211

【選任した代理人】

    【識別番号】 100077126

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 中村 盛夫

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 011947

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 図面 1

    【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 カーボン含有窒化アルミニウム焼結体

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 窒化アルミニウムからなるマトリックス中に、X線回折チャート上ではピークが検出できないか、検出限界以下であるカーボンを含むカーボン含有窒化アルミニウム焼結体。

【請求項 2】 X線回折ではピークが検出できないか検出限界以下であるカーボンが、非晶質カーボンまたは窒化アルミニウム結晶相に固溶したカーボンのいずれかであることを特徴とする請求項 1 に記載のカーボン含有窒化アルミニウム焼結体。

【請求項 3】 前記カーボンの含有量が 2 0 0 ~ 2 0 0 0 p p m であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載のカーボン含有窒化アルミニウム焼結体。

【請求項 4】 前記マトリックス中に、アルカリ金属酸化物、アルカリ土類酸化物および希土類酸化物のいずれか少なくとも 1 種からなる焼結助剤を含むことを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載のカーボン含有窒化アルミニウム焼結体。

【請求項 5】 前記請求項 1、2、3 または 4 において、J I S Z 8 7 2 1 に規定される明度が N 4 以下であることを特徴とするカーボン含有窒化アルミニウム焼結体。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、静電チャック、ウエハプローバあるいは、サセプタなどの構成用材料として、主として半導体産業において用いられる窒化アルミニウム焼結体に関し、特に、電極パターン等の隠蔽性と高温の体積抵抗率、高温時の熱伝導率、サーモピュアによる温度測定精度に優れる、カーボンを含む窒化アルミニウム焼結体を提案する。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

エッチング装置や、化学的気相成長装置等を含む半導体製造、検査装置におい

て、従来、ステンレス鋼やアルミニウム合金などの金属製基材を用いたヒータや、ウエハプロバ等が用いられてきた。

しかしながら、金属製のヒーターでは温度制御特性が悪く、また厚みも厚くなるため重く嵩張るという問題があったし、腐食性ガスに対する耐蝕性も悪いという問題を抱えていた。

#### 【0003】

これに対し、特開平 1 1 - 4 0 3 3 0 号公報では、金属製のものに代えて、窒化アルミニウムなどのセラミックを使用したヒータが提案されている。

ところが、基材の窒化アルミニウム自体は、一般に白色または灰白色であることから、ヒータやサセプタとしては好ましくない。むしろ、黒色の方が輻射熱量が大きいので、この種の用途には適しており、また電極パターンの隠蔽性が高いので、ウエハプロバや静電チャックには特に好適であった。さらに、ヒータの表面温度の測定は、サーモピュア（表面温度計）で行われるが、白色や灰白色の場合、反射熱も測定されてしまうため、正確な温度測定が不可能であった。

#### 【0004】

このような求めに応じて開発された従来技術（特開平 9 - 4 8 6 6 8 号公報）の中には、X線回折チャート上の回折角度  $2\theta = 44 \sim 45^\circ$  の位置にピークが検出される結晶質カーボンを添加したものが提案されている。

#### 【0005】

##### 【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、このような結晶質のカーボン（グラファイト）を添加した従来セラミック基材というのは、高温時の体積抵抗率が、 $500^\circ\text{C}$  の高温領域で  $108 \Omega \cdot \text{cm}$  未満にまで低下するという問題点があった（図 1 参照）。

#### 【0006】

そこで本発明の目的は、従来技術が抱えている上述した問題点を解決することであり、とくに高温時の体積抵抗率が少なくとも  $108 \Omega \cdot \text{cm}$  以上を確保でき、さらには隠蔽性ならびに大輻射熱量、サーモピュアによる測定精度を保証できる窒化アルミニウム焼結体を提供することにある。

また、本発明の他の目的は、ホットプレート、静電チャック、ウエハプロバ

、サセプタとして用いて有用な窒化アルミニウム焼結体を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】

本発明は、上記の要請に応えられるものとして開発された窒化アルミニウム焼結体に関し、とくに、窒化アルミニウムからなるマトリックス中に、X線回折チャート上において、 $2\theta = 10 \sim 90^\circ$  とくに  $44 \sim 45^\circ$  の位置において、ピークが検出できないか検出限界以下である非晶質カーボンを含むカーボン含有窒化アルミニウム焼結体である。

【0008】

なお、本発明においては、上記のカーボンの含有量としては  $200 \sim 2000$  ppmであることが好ましく、焼結体の色は、JIS Z 8721に規定される明度でN4以下であるカーボン含有窒化アルミニウム焼結体とすることが好ましい。

【0009】

【発明の実施の形態】

さて、発明者らの研究によれば、X線回折チャート上において、回折角度  $2\theta = 10 \sim 90^\circ$  の位置、とくに  $2\theta = 44 \sim 45^\circ$  の位置でピークが検出されるようなカーボンを含む窒化アルミニウム焼結体というのは、高温（ $500^\circ\text{C}$ ）における体積抵抗率が、 $0.5 \times 10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ にまで低下するために、加熱時に発熱体パターン間や電極パターン間で短絡をすることがわかった。

この理由は、窒化アルミニウムについては、高温で体積抵抗率が低下することに加え、結晶質カーボンというのは、金属結晶に類似した結晶構造を持ち、かつ高温での電気伝導性に優れているため、この2つの特性が相乗的に作用し合って前記のような短絡を招くものと考えられている。

【0010】

このことについて発明者らはさらに研究をつづけた結果、カーボンの高温での電気伝導性を低下させるには、X線回折チャートにおいてピークが検出されない程度に結晶性を低下させたカーボン、あるいはカーボンを結晶相に固溶させたカーボン、つまり、X線回折チャート上において、ピークが検出されないようなカ

ーボンにすればよいことを知見した。

ここで、X線回折チャート上でピークが検出できないという意味は、回折角度  $2\theta = 10 \sim 90^\circ$ 、とくに  $44 \sim 45^\circ$  の位置でカーボンのピークが検出できないということである。なおこのように限定する理由は、カーボンには種々の結晶系があり、特開平 9-48668 号公報に開示のように、単に回折角度  $2\theta = 44 \sim 45^\circ$  に出現するピークだけでなく、回折角度  $2\theta = 10 \sim 90^\circ$  にピークが出現するカーボンの結晶も考慮しなければならないからである（図 2、図 3 参照）。

#### 【0011】

なお、X線回折のチャートには、ピークのみならずハローの出現も好ましくない。非結質体は通常  $2\theta = 15 \sim 40^\circ$  付近にハローと呼ばれるゆるやかな起状を持つが、このようなハローが出現するということは、窒化アルミニウム結晶相に非晶質カーボンが侵入して結晶性を低下させることになり、焼結性を阻害して、明度が高くなってしまい、また高温での強度低下をも招くからである。

また、X線回折チャート上でピークが検出できないカーボンの例としては、①カーボンを窒化アルミニウム結晶相に固溶させたものや②非晶質カーボンが考えられる。

特に②がよい。この理由は、窒化アルミニウム中にカーボンが固溶すると結晶に欠陥が生じて高温での強度低下を招くからである。

なお、特開平 9-48668 号では、 $1850^\circ\text{C}$  にて加熱すると結晶質カーボンが窒化アルミニウム中に固溶してX線回折のピークが消失する現象が記載されているが、特開平 9-48668 号ではあくまでX線回折のピークが  $44 \sim 45^\circ$  に存在するものを発明として認識しているものであり、また、高温時の体積抵抗率については記載、示唆ともされておらず、本発明では、カーボンを含み、X線回折のピークが出現しない窒化アルミニウム焼結体について、 $25 \sim 500^\circ\text{C}$  にて  $108 \Omega \cdot \text{cm}$  以上の体積抵抗率という新たな物性を発見したものであるのだから、特開平 9-48668 号の記載を理由に本発明の新規性、進歩性がなんら阻却されるものでない。

#### 【0012】



本発明において、X線回折チャート上ではピークが検出できないか検出限界以下であるカーボンの添加量は、200 ～2000 ppm にすることが望ましい。200 ppm 未満では、黒色とは言えず、明度がN 4 を超えるものとなり、一方、添加量が2000 ppm を超えると窒化アルミニウムの焼結性が低下するからである。

#### 【0013】

本発明において、マトリックスを構成する窒化アルミニウム焼結体中には、焼結助剤を含有することが望ましい。その焼結助剤としては、アルカリ金属酸化物、アルカリ土類酸化物、希土類酸化物を使用することができ、特にCaO、Na<sub>2</sub>O、Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Li<sub>2</sub>O、Rb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> が好適である。含有量としては、0.1 ～10重量%が望ましい。

#### 【0014】

そして、本発明にかかる窒化アルミニウム焼結体は、明度がJIS Z 8721の規定に基づく値でN 4 以下のものにすることが望ましい。この程度の明度を有するものが輻射熱量、隠蔽性に優れるからである。

ここで、明度のNは、理想的な黒の明度を0とし、理想的な白の明度を10とし、これらの黒の明度と白の明度との間で、その色の明るさの知覚が等歩度となるように各色を10分割し、N 0 ～N 1 0 の記号で表示したものである。そして実際の測定N 0 ～N 1 0 に対応する色素と比較して行う。この場合の小数点1位は0又は5とする。

#### 【0015】

次に、本発明にかかる上記窒化アルミニウム焼結体の製造方法の一例を説明する。

① 初めに、非晶質カーボンを製造する。例えば、C、H、Oだけからなる炭化水素、好ましくは糖類（ショ糖やセルロース）を空気中で300～500℃で焼成することにより、純粋な非晶質カーボンを製造する。

② 次に、上記カーボンとマトリックス成分となる窒化アルミニウム粉末とを混合する。混合する粉末の好ましい大きさは、平均粒径で、0.1 ～5 μm程度の小さいものがよい。これは、微細なほど焼結性が向上するからである。なお、カーボンの添加量は焼成時に消失する分を考慮して添加する。

また、上記の混合物にはさらに前述の酸化イットリウム（イットリア：Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>）の如き焼結助剤を添加してもよい。

#### 【0016】

上記の①、②の処理に代え、窒化アルミニウム粉末、バインダー、糖類および溶媒を混合してグリーンシートとし、このグリーンシートを 300～500℃で仮焼成することにより、非晶質カーボンを含有するグリーンシートを得るようにしてもよい。この場合において、バインダーと非晶質カーボンの両方を添加する方法であってもよい。なお、溶媒としては、 $\alpha$ -テルピオールやグリコールなどを用いることができる。

#### 【0017】

③ 次に、得られた粉末混合物を成形型に入れて成形体とし、または上記グリーンシート 1（いずれも仮焼成したもの）を、アルゴン窒素などの不活性雰囲気下で 1700～1900℃、80～200 kg/cm<sup>2</sup> の条件で加熱、加圧して焼結する。この処理については、加圧せずに常圧で焼結してもよい。

#### 【0018】

本発明の窒化アルミニウム焼結体は、粉末混合物を成形型に入れる際に、得られる成形体中に発熱体を埋設したり、前記グリーンシート上に発熱体を形成することにより、窒化アルミニウム焼結体を基板とするセラミックヒータを製造することができる他、さらには、前記成形体やグリーンシートに対し、発熱体の他、各種の電極を配設することにより、ホットプレート、静電チャックやウエハプローバ、サセプタなどを製造するための基材として用いることができる。

#### 【0019】

##### 【実施例】

（実施例 1） ALN + Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 非晶質カーボン

（1）ショ糖を酸化性気流中（空气中）で 500℃に加熱して熱分解させ、非晶質カーボンを得た。

（2）窒化アルミニウム粉末（トクヤマ製、平均粒径 1.1  $\mu$ m）100 重量部、酸化イットリウム（イットリアのこと、平均粒径 0.4  $\mu$ m）4 重量部、上記（1）の非晶質カーボン 0.09 重量部を混合し、成形型に入れて窒素雰囲気中 1890℃、圧力

150 kg/cm<sup>2</sup> で3時間ホットプレスして窒化アルミニウム焼結体を得た。

焼結体中のカーボン量の測定は、焼結体を粉碎し、これを 800℃で加熱して発生するCO量を捕集することにより行った。その測定結果によると、焼結体中に含まれるカーボンの合計量は 800 ppm、明度はN=3.5 であった。

#### 【0020】

(実施例2) ALN+非晶質カーボン

(1) ショ糖を空气中で500℃で加熱して熱分解させ、非晶質カーボンを得た。

(2) 窒化アルミニウム粉末(トクヤマ製、平均粒径 1.1 μm) 100 重量部、上記(1)の非晶質カーボン0.09重量部を混合し、成型型に入れて窒素雰囲気中において1890℃、圧力150 kg/cm<sup>2</sup> の条件で3時間ホットプレスして窒化アルミニウム焼結体を得た。得られた窒化アルミニウム焼結体中のカーボン量は 805ppm、明度はN=3.5 であった。

#### 【0021】

(実施例3) Cの固溶

窒化アルミニウム粉末(トクヤマ製：平均粒径1.5 μm) 100 重量部、酸化イットリウム(イットリア 平均粒径0.4 μm) 4 重量部、グラファイト(東洋炭素 GR-1200) 0.09重量部を混合し、成型型に入れて窒素雰囲気中1890℃、圧力150 kg/cm<sup>2</sup> で3時間ホットプレスし、さらにこの焼結体を常圧の窒素雰囲気中で1850℃で3時間加熱してグラファイトを窒化アルミニウム相に固溶させた。焼結体中のカーボン量は 810 ppm、明度N=4.0 であった。

なお、ホットプレス中は、カーボンの固溶はないと考えられる。

#### 【0022】

(比較例1) ALN+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

窒化アルミニウム粉末(トクヤマ製、平均粒径 1.1 μm) 100 重量部、酸化イットリウム(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>：平均粒径 0.4 μm) 4 重量部を混合し、これを成型型に入れて窒素雰囲気中において1890℃、圧力150 kg/cm<sup>2</sup> の条件で3時間ホットプレスして窒化アルミニウム焼結体を得た。得られた窒化アルミニウム焼結体中のカーボン量は100 ppm 以下、明度はN=7.0 であった。

#### 【0023】

## (比較例 2) ALN+結晶質カーボン

この比較例は、特開平 9-4 8 6 6 8 号公報の記載に従い、バインダーとしてフェノール樹脂粉末を使用した。なお、この従来技術において、フェノール樹脂、アクリル系バインダーを分解して得られるカーボンは結晶性のものと考えられる。

そこで、窒化アルミニウム粉末（トクヤマ製、平均粒径  $1.1 \mu\text{m}$ ）100 重量部、フェノール樹脂粉末 5 重量部を混合し、成型型に入れて窒素雰囲気中において  $1890^{\circ}\text{C}$ 、圧力  $150 \text{ kg/cm}^2$  の条件で 3 時間ホットプレスして窒化アルミニウム焼結体を得た。得られた窒化アルミニウム焼結体中のカーボン量は  $810 \text{ ppm}$  で、明度は  $N=4.0$  であった。

## 【0024】

図 1 は 実施例 1, 2, 3、比較例 1, 2 について室温～ $500^{\circ}\text{C}$ までの体積抵抗率の推移について示したものである。

この図 1 に示すように、比較例 2 として示す結晶質カーボンのみが入っている焼結体の例では、体積抵抗率が約  $1/10$  に低下した。

ところで、上記の測定において、体積抵抗率と熱伝導率とは次のように測定した。

①体積抵抗率：焼結体を直径  $10 \times 10 - 3 \text{ m}$ 、厚さ  $3 \times 10 - 3 \text{ m}$  に切出し、三端子（主電極、対電極、ガード電極）を形成し、直流電圧を加え、1 分間充電後のデジタルエレクトロメーターに流れる電流（ $I$ ）を読んで、試料の抵抗を求め、抵抗と試料の寸法から体積抵抗率（ $\rho$ ）を下記の計算式で計算した。

## 【0025】

## 【数 1】

試料の厚さ  $t$  (cm) とすると、体積抵抗率は次式で与えられる。

$$\rho = \frac{\epsilon}{t} \times R = \frac{S}{t} \times \frac{V}{I}$$

$t$  : 試料の厚さ

$r_1$  : 主電極の半径

$r_2$  : ガード電極の内径

$r_3$  : ガード電極の外径

電極の径は、

$$2r_1 = D_1 = 1.45 \text{ cm}$$

$$2r_2 = D_2 = 1.60 \text{ cm}$$

$$2r_3 = D_3 = 2.00 \text{ cm}$$

であるので、

$$D_0 = 2r_0 = \frac{D_1 + D_2}{2} = 1.525 \text{ cm}$$

$$S = \frac{\pi D_0^2}{4} = 1.83 \text{ cm}^2$$

## 【0 0 2 6】

また、図 2、図 3 は、焼結体の X 線回折チャートを示すものであり、本発明実施例 1 (図 2) と比較例 2 (図 3) の焼結体のチャートを示す。これらの図に示すように、実施例 1 の例では回折角度  $2\theta = 10 \sim 90^\circ$  の位置にカーボンのピークが検出できない。また、 $2\theta = 15 \sim 40^\circ$  でハローは出現していない。しかしながら、比較例 2 では  $2\theta = 44 \sim 45^\circ$  の位置にカーボンのピークが見られる。

また、図 6 には、実施例 1 と実施例 3 の焼結体の強度測定結果を記載する。強度の測定は、インストロン万能試験機 (4507 型 ロードセル 500 kgf)、温度、25~1000℃、大気中、クロスヘッド速度 0.5mm/分、スパン距離  $L = 30 \text{ mm}$ 、試験片 厚さ  $t = 3.06 \text{ mm}$ 、幅  $= 4.03 \text{ mm}$  で実施し、以下の数式で算出した。

カーボンを固溶させることにより高温領域で曲強度の低下が見られる。

固溶させるよりも非晶質カーボンを使用した方がより有利であると考えられる。

## 【0 0 2 7】

## 【数 2】

$$\sigma = \frac{3PL}{2wt^2}$$

$\sigma$  : 3点曲げ強度 (kgf/mm<sup>2</sup>)  
 $P$  : 試験片が破壊したときの最大荷重 (kgf)  
 $L$  : 下支点間距離 30 (mm)  
 $t$  : 試験片の厚さ (mm)  
 $w$  : 試験片の幅 (mm)

## 【0028】

また、実施例 1、2、3 と比較例 1、2 の焼結体についてホットプレート上で 500℃まで加熱し、表面温度をサーモビュア（日本データム株式会社 IR162012-0012）、JIS-C-1602 (1980) K 型熱電対で測定し、両者の温度差を調べた。熱電対で測定した温度とのずれ量が大いほど、サーモビュアの温度誤差が大いと言える。

その測定の結果によると、実施例 1 では温度差 0.8℃、実施例 2 では温度差 0.9℃、実施例 3 では温度差が 1.0℃、比較例 1 では温度差 8℃、比較例 2 では温度差 0.8℃であった。

## 【0029】

（実施例 4） 応用例 ウエハプロバ （図 4、図 5）

（1）窒化アルミニウム粉末（トクヤマ製、平均粒径 1.1 μm）100 重量部、イットリア（平均粒径 0.4 μm）4 重量部、ショ糖 0.2 重量部および 1-ブタノールおよびエタノールからなるアルコール 53 重量%を混合した組成物を、ドクターブレードを使って厚さ 0.47mm のグリーンシート 1 を得た。

（2）上記グリーンシート 1 を 80℃で 5 時間乾燥した後、パンチングして発熱体と外部端子ピンと接続するためのスルーホール用孔を設けた。

（3）平均粒子径 1 μm のタングステンカーバイド粒子 100 重量部、アクリル系バインダ 3.0 重量部、α-テルピオール溶媒を 3.5 重量部、分散剤 0.3 重量部を混合して導電性ペースト A を調整し、また、平均粒子径 3 μm のタングステン粒子 100 重量部、アクリル系バインダ 1.9 重量部、α-テルピオール溶媒 3.7 重量部、分散剤 0.2 重量部を混合して導電性ペースト B を調整した。

## 【0030】

(4) 上記導電性ペーストAをグリーンシート1の表面にスクリーン印刷法により、ガード電極2用印刷層およびグランド電極3印刷層をそれぞれ格子状に印刷した。

また、外部端子接続用ピンと接続するためのスルーホール用孔に導電性ペーストBを充填してスルーホール4, 5を形成した。

そして、導電性ペーストが印刷されたグリーンシート1、および印刷がされていないグリーンシート1'を50枚積層し、130℃、80kg/cm<sup>2</sup>の圧力で一体化した(図4(a))。

(5) 一体化させた積層体を600℃で5時間脱脂し、1890℃、圧力150kg/cm<sup>2</sup>で3時間ホットプレスし、厚さ3mmの窒化アルミニウム板状体を得た。この板状体を直径230mmの円状に切り出してセラミック基板20とした(図4(b))。

なお、前記スルーホール4, 5の大きさは直径0.2mm、深さ0.2mmであった。また、ガード電極2、グランド電極3の厚さは10μm、そしてガード電極2の焼結体厚み方向でのチャック面1aからの形成位置は発熱体から1mmのところ、一方、グランド電極3の焼結体厚み方向での形成位置は、チャック面1aから1.2mmであった。

## 【0031】

(6) 上記(4)で得たセラミック基板20を、ダイヤモンド砥石で研磨した後、マスクを載置し、ガラスビーズのブラスト処理によって表面に熱電対取付け用凹部(図示せず)およびウエハ吸着用の溝6(幅0.5mm、深さ0.5mm)を形成した(図4(c))。

(7) さらに、溝6を形成したチャック面1aでは、反対の裏面に導電性ペーストcを印刷して発熱体7を形成した。この導電性ペーストcは、プリント配線板のスルーホール形成に用いられている徳力化学研究所製のソルベストPS603Dを使用した。即ち、この導電性ペーストcは、銀/鉛ペーストであり、酸化鉛、酸化亜鉛、シリカ、酸化ホウ素、アルミナからなる金属酸化物(それぞれの重量比率は、5/55/10/25/5)を銀の量に対して7.5重量%含むものである。なお、この導電性ペーストc中の銀は、平均粒径4.5μmのリン片状のも

のを用いた。

【0032】

(8) 裏面に導電性ペーストcを印刷して発熱体7を形成したセラミック基板(ヒータ板)20を、780℃で加熱焼成して、該導電性ペーストc中の銀、鉛を焼結するとともに、該セラミック基板20に焼き付けた。次いで、この基板20を硫酸ニッケル30g/l、ほう酸30g/l、塩化アンモニウム30g/l、ロッシェル塩60g/lの濃度の水溶液からなる無電解ニッケルめっき浴中に浸漬して、上記導電性ペーストからなる発熱体7の表面に、さらに厚さ1μm、ホウ素の含有量が1重量%以下であるのニッケル層を析出させて発熱体7を肥厚化させ、その後、120℃で3時間の熱処理を行った。

こうして得られた発熱体7は、厚さが5μm、幅2.4mmであり、面積抵抗率が7.7mΩ/□であった(図4(d))。

(9) 溝6が形成されたチャック面1aにスパッタリング法にて、Ti、Mo、Niの各層を順次に積層した。そのスパッタリングは、装置として日本真空技術株式会社製のSV-4540を用い、気圧:0.6Pa、温度:100℃、電力:200W、処理時間:30秒~1分の条件で、スパッタリングする各金属によって調整した。得られた膜は、蛍光X線分析計の画像からTiは0.3μm、Moは2μm、Niは1μmであった。

【0033】

(10) 上記(9)で得られたセラミック基板(20)を、硫酸ニッケル30g/l、ほう酸30g/l、塩化アンモニウム30g/l、ロッシェル塩60g/lの濃度の水溶液からなる無電解ニッケルめっき浴に浸漬して、チャック面1aに形成されている溝6の表面に、ホウ素の含有量が1重量%以下のニッケル層(厚さ7nm)を析出させ、120℃で3時間熱処理した。

さらに、前記セラミック基板20表面(チャック面側)に、シアン化金カリウム2g/l、塩化アンモニウム75g/l、クエン酸ナトリウム50g/l、次亜リン酸ナトリウム10g/lからなる無電解金めっき液に93℃の条件で1分間浸漬して、上記セラミック基板20のチャック面側の前記ニッケルめっき層8上に、さらに厚さ1nmの金めっき層を積層してチャックトップ導体層8を形成した(図5(e))



）。

(11) 次いで、溝 6 から裏面に抜ける空気吸引孔 9 をドリル加工して穿孔し、さらにスルーホール 4、5 を露出させるための袋孔 10、11 を設けた（図 5 (f)）、この袋孔 10、11 に、Ni-Au 合金（Au：81.5wt%、Ni：18.4wt%、不純物：0.1 wt%）からなる金ろうを用い、970℃で加熱リフローしてコバル製の外端子接続用ピン 12、13 を接続した（図 5 (g)）。また、前記発熱体 7 に半田合金（錫 9 / 鉛 1）を介してコバル製の外端子ピン 14 を形成した。

(12) 温度制御のために、複数の熱電対を前記凹部に埋め込み（図示せず）、ウエハプロローバつきヒータとした。

(13) 上記ウエハプロローバつきヒータをステンレス鋼製の支持台上にセラミックファイバー（イビデン製 商品名 イビウール）からなる断熱材を介して固定し、その支持台上には冷却ガスの噴射ノズルを設けて該ウエハプロローバの温度調整を行うようにする。

なお、このウエハプロローバつきヒータは、前記空気吸引孔 9 から空気を吸引して、該ヒータ上に載置されるウエハを吸着支持する。

#### 【0034】

なお、このようにして製造したウエハプロローバつきヒータは、明度が N3.5 を示し輻射熱量が多く、しかも、内部のガード電極 2 やグランド電極 3 の隠蔽性にも優れる。

#### 【0035】

##### 【発明の効果】

以上説明したように、本発明にかかる窒化アルミニウム焼結体は、非晶質カーボンを含有することから、高温での体積抵抗率が高く、かつ明度の低い窒化アルミニウム焼結体を得られる。また、サーモピュアによる正確な温度測定が可能である。

##### 【図面の簡単な説明】

##### 【図 1】

セラミック基板成分と堆積抵抗率との関係を示すグラフである。

##### 【図 2】

本発明の焼結体のX線回折チャートである。

【図 3】

比較例の焼結体のX線回折チャートである。

【図 4】

窒化アルミニウム焼結体の製造工程の説明図である。

【図 5】

窒化アルミニウム焼結体の製造工程の説明図である。

【図 6】

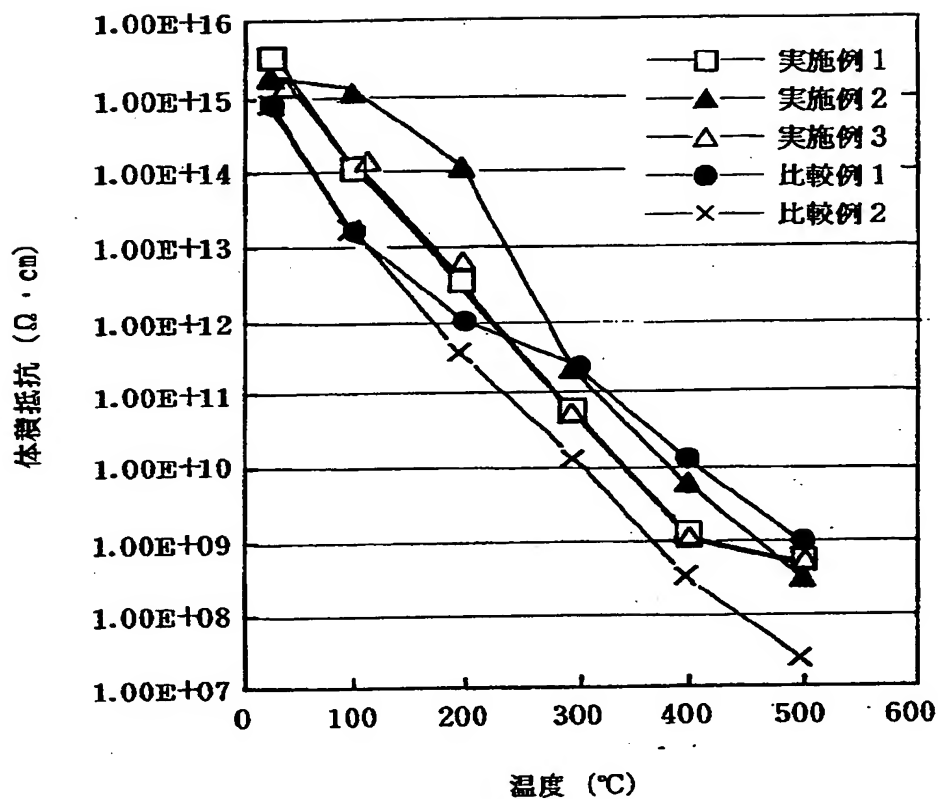
曲げ強度の温度依存性を示すグラフである。

【符号の説明】

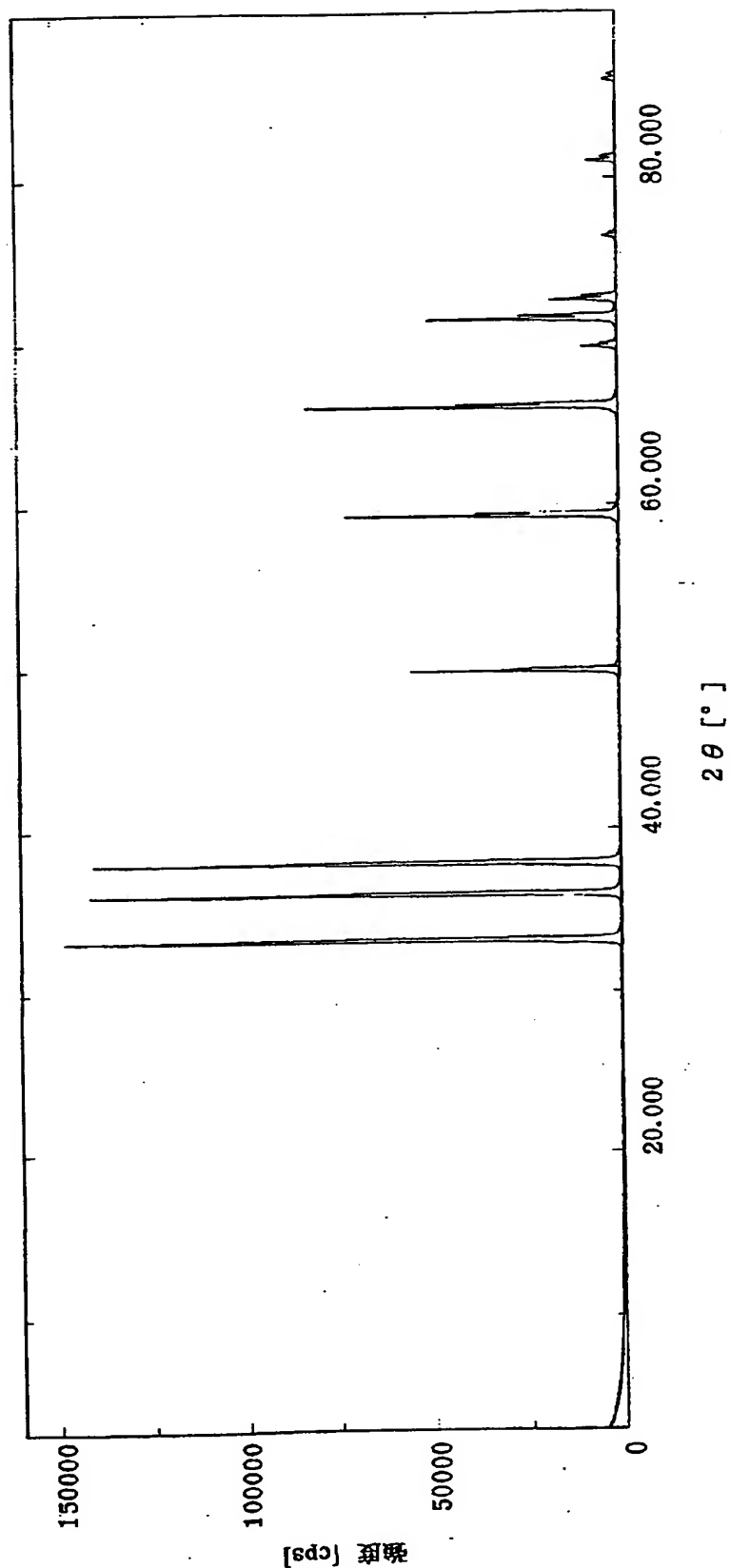
- 1 グリーンシート
- 2 カード電極
- 3 グランド電極
- 4 スルーホール
- 5 スルーホール
- 6 溝
- 7 発熱体
- 8 チャックトップ導体層
- 9 空気吸引孔
- 10 袋孔
- 11 袋孔
- 12 外部端子接続用ピン
- 13 外部端子接続用ピン
- 14 端子ピン

【書類名】 図面

【図 1】

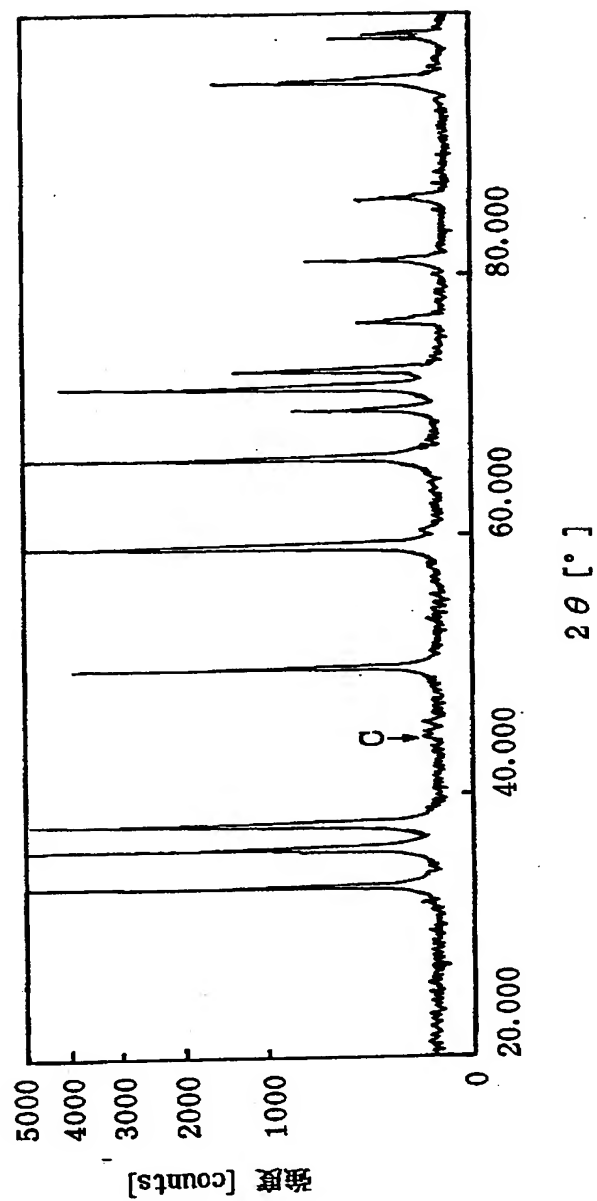


【図 2】

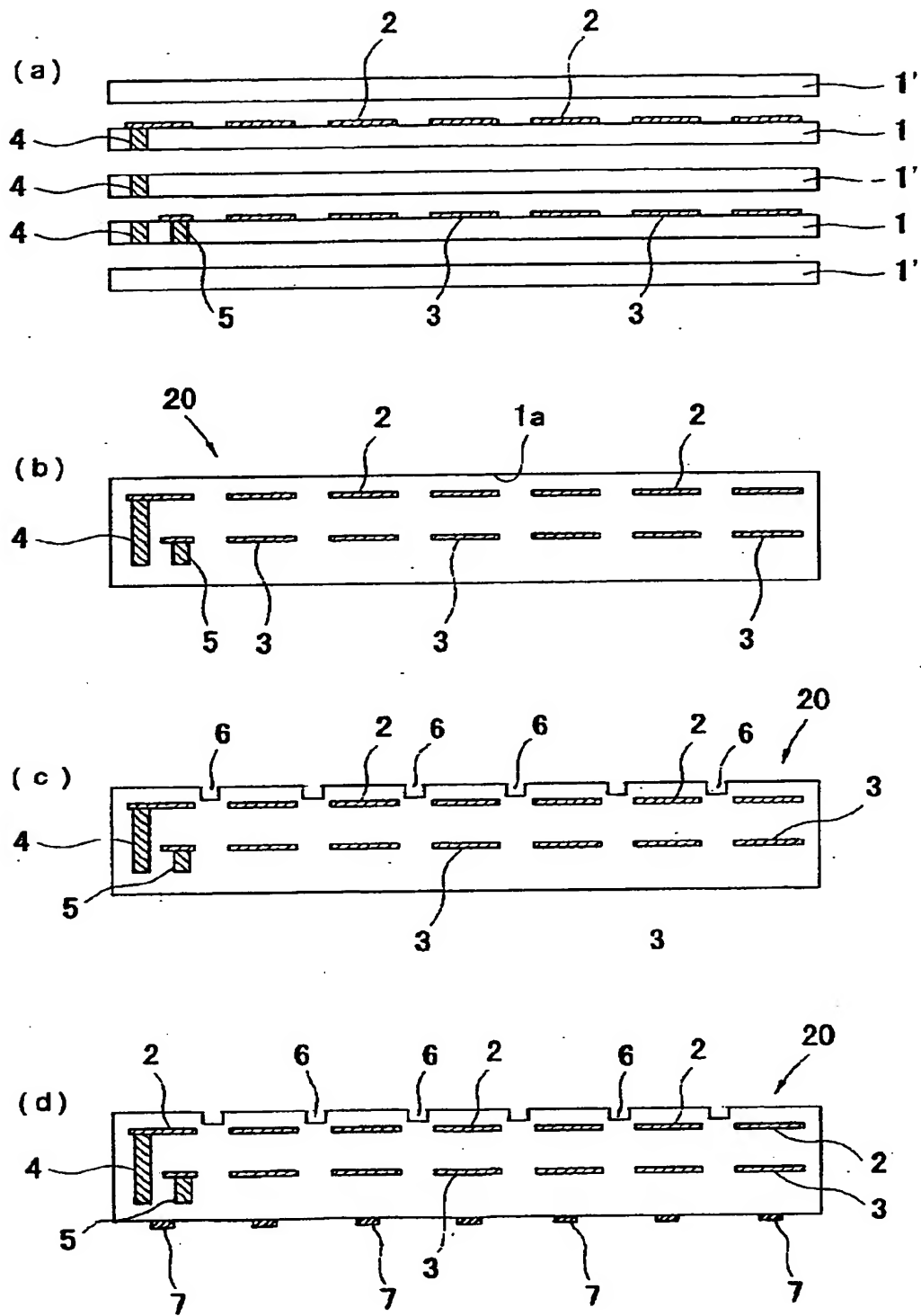


サンプリング名	外	X線	Cu K-ALPHA1 / 50 kV / 300 mA	カウンタ	シンチレーションカウンタ
ファイル	T990603.0339	ゴニオメータ	RINT2000 広角ゴニオメータ		
コメント	広角測定	ブランチ	標準試料ホルダー		
測定日	03-Jun-99 15:59	フィルタ	使用しない		
測定者	RINT	インテグレーション	全自動モノクロメータ	走査モード	連続
		カウンタモニタ		スキャンスピード	2.000 °/min.
		発散スリット	"1deg."	スキャンステップ	0.020 °
		散乱スリット	"1deg."	走査軸	2θ / 0
		受光スリット	"0.3mm"	走査範囲	3.000 ~ 90.000 °
				ステップ	0.000 °

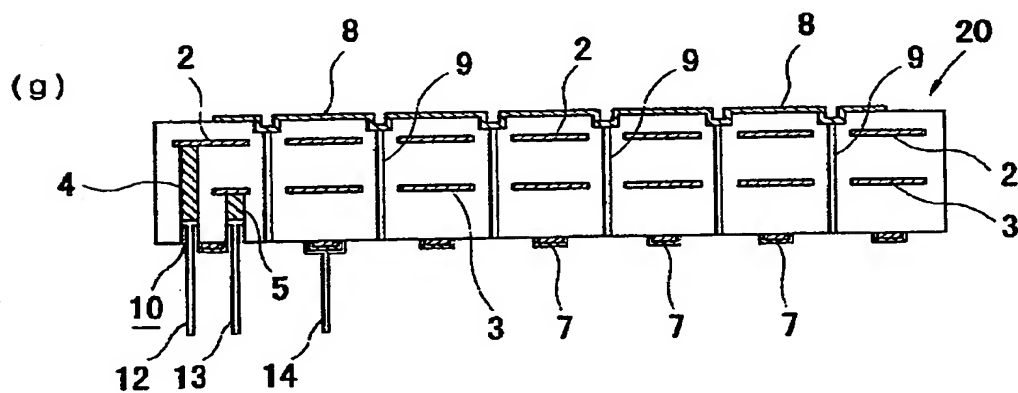
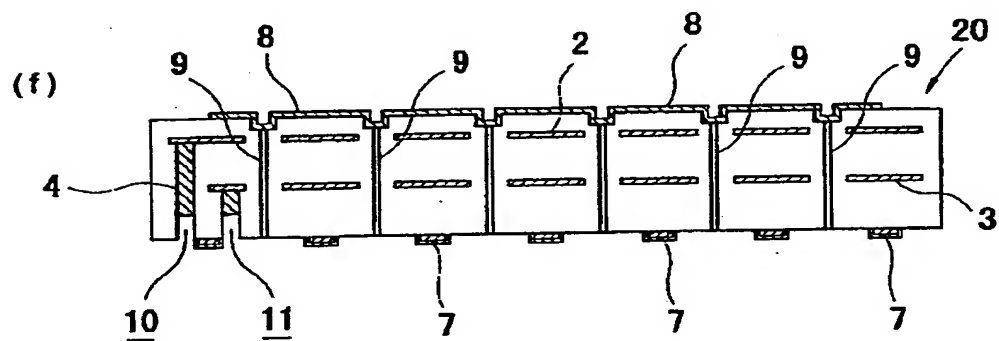
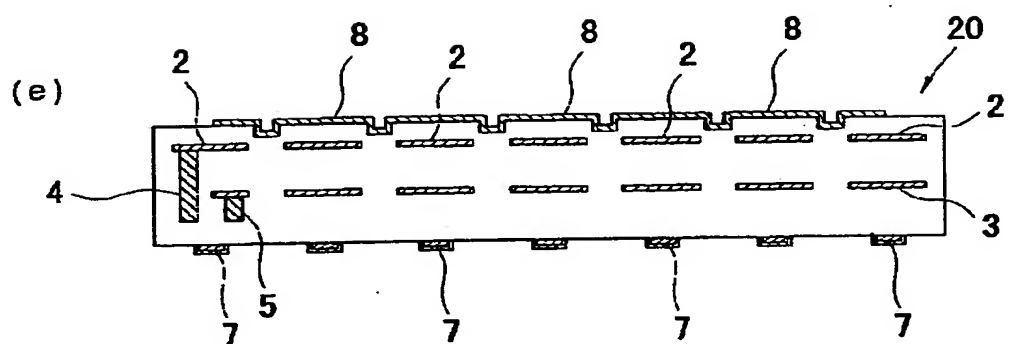
【図 3】



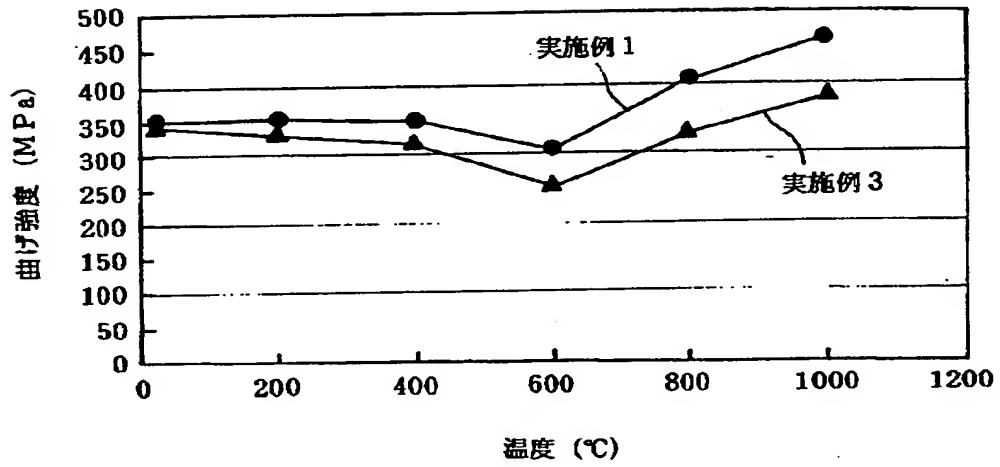
【図 4】



【図 5】



【図 6】





【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 高温時の体積抵抗率が少なくとも $10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上を確保でき、しかも隠蔽性ならびに大輻射熱量、サーモピュアによる測定精度を保証できる窒化アルミニウム焼結体を提供すること。

【解決手段】

窒化アルミニウムからなるマトリックス中に、X線回折チャート上では反射角が $10 \sim 90^\circ$ の位置でピークが検出できないか検出限界以下であるカーボンを含む窒化アルミニウム焼結体。

【選択図】 図4

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000000158]

1. 変更年月日 1990年 8月29日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 岐阜県大垣市神田町2丁目1番地  
氏 名 イビデン株式会社